明細書

高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材の製造方法 技術分野

- [0001] この発明は、高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材の製造方法およびその 製造方法により作製した高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材に関するもの であり、この複合軟磁性材の製造方法はインジェクター部品、イグニッション部品、電 磁弁用コア、モーター用コアなどの製造に使用されるものである。 背景技術
- [0002] 一般に、軟磁性粉末は、鉄粉末、Fe-Si系鉄基軟磁性合金粉末、Fe-Al系鉄基軟磁性合金粉末、Fe-Si-Al系鉄基軟磁性合金粉末、Fe-Cr系鉄基軟磁性合金粉末、Ni基軟磁性合金粉末またはFe-Co系軟磁性合金粉末などが知られており、前記鉄粉末としては純鉄粉末を使用することが知られており、

Fe-Si系鉄基軟磁性合金粉末としてはSi:0.1~10%を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Si系鉄基軟磁性合金粉末(例えばSi:1~12質量%を含有し残部がFeおよび不可避不純物からなる珪素鋼粉末、一層具体的にはFe-3%Si粉末)を使用することが知られており、

Fe-Al系鉄基軟磁性合金粉末としてはAl:0.05~10を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Al系鉄基軟磁性合金粉末(例えば、Fe-15%Alからなる組成を有するアルパーム粉末)を使用することが知られており、

Fe-Si-Al系鉄基軟磁性合金粉末としてはSi:0.1~10質量%、Al:0.05~10を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Si-Al系鉄基軟磁性合金粉末(例えば、Fe-9%Si-5%Alからなる組成を有するセンダスト粉末)を使用することが知られており、

Fe-Cr系鉄基軟磁性合金粉末としてはCr:1〜20%を含有し、必要に応じてAl:5%以下、Si:5%以下の内の1種または2種を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Cr系鉄基軟磁性合金粉末を使用することが知られており、

さらに、Ni基軟磁性合金粉末としてはNi:35~85%を含有し、必要に応じてMo:5

%以下、Cu:5%以下、Cr:2%以下、Mn:0.5%以下の内の1種または2種以上を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるニッケル基軟磁性合金粉末(例えば、Fe-79%Ni粉末)を使用することが知られており、さらに、

Fe-Co系鉄基軟磁性合金粉末としてはCo:10~60%を含有し、必要に応じてV:0.1~3%を含有し、残部がFeおよび不可避不純物からなるFe-Co系鉄基軟磁性合金粉末(以上、%は質量%を示す。)を使用することが知られている。

- [0003] これら軟磁性粉末は、その表面に絶縁性皮膜を形成して絶縁皮膜被覆軟磁性粉末を作製し、この絶縁皮膜被覆軟磁性粉末を樹脂で固めて複合軟磁性材を作製し使用されることが多い。この絶縁皮膜被覆軟磁性粉末としては、前記軟磁性粉末を高温酸化処理することにより表面に酸化膜を形成した酸化膜被覆軟磁性粉末、軟磁性粉末にリン酸処理を施すことにより表面にリン酸皮膜を形成したリン酸皮膜被覆軟磁性粉末、軟磁性粉末、軟磁性粉末にスチーム処理を施すことにより表面に絶縁性の水酸化膜を形成した水酸化膜被覆軟磁性粉末が知られており、これらの絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の中でも純鉄粉末の表面にリン酸皮膜を形成したリン酸被覆軟磁性粉末を使用する場合が多い。
- [0004] この絶縁皮膜被覆軟磁性粉末を樹脂で固めて複合軟磁性材を作製する方法として、絶縁皮膜被覆軟磁性粉末に粒度:1~100μmの熱可塑性化合物であるポリフェニレンスルフィド樹脂粉末:0.2~10質量%および粒度:1~100μmのステアリン酸粉末:0.05~1質量%を添加混合して得られた混合樹脂粉末を温度:50~90℃に加熱された金型に充填し、圧縮成形することにより成形体を作製し、得られた成形体を窒素雰囲気中、温度:200~270℃で焙焼することによりステアリン酸を除去し、さらに窒素雰囲気中、温度:285~310℃に加熱することにより作製する方法が知られている(特許文献1参照)。
- [0005] 前記絶縁皮膜被覆軟磁性粉末をポリフェニレンスルフィド樹脂で固めて複合軟磁性 材を作製する方法は、ポリフェニレンスルフィド樹脂は融点が高く、耐熱性に優れ、高 温領域下でも良好な耐熱性および絶縁性を有するところから、優れた複合軟磁性材 を提供することができるが、ポリフェニレンスルフィド樹脂は200℃以上の融点を有し て成形性が悪い。そのために、ポリフェニレンスルフィド樹脂粉末にポリアミド樹脂粉

末:1〜99%を添加して混合樹脂粉末を作製し、この混合樹脂粉末:0.1〜3質量%を絶縁皮膜被覆軟磁性粉末に添加して混合した混合粉末を圧縮成形することにより成形体を作製し、得られた成形体を窒素雰囲気中、温度:250〜450℃で焼成することにより複合軟磁性材料を作製する方法が提案されている(特許文献2参照)。

特許文献1:特表2001-504283号公報

特許文献2:特開2003-183702号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] しかし、前記ポリフェニレンスルフィド樹脂粉末+ステアリン酸粉末からなる混合樹脂粉末またはポリフェニレンスルフィド樹脂粉末+ポリアミド樹脂粉末からなる混合樹脂粉末に絶縁皮膜被覆軟磁性粉末に添加して混合した原料混合粉末を用いて作製した複合軟磁性材は、低温で焼成すると十分な抗折強度が得られないところから可能な限り高温で焼成する必要があるが、高温で焼成して抗折強度を向上させようとすると、得られた複合磁性材の比抵抗が低下するという欠点があった。

課題を解決するための手段

[0007] そこで、本発明者等は、一層の高強度でかつ高比抵抗を有する複合軟磁性材を製造すべく研究を行った結果、

平均粒径:1~100μmのポリイミド樹脂粉末:0.05~1質量%、平均粒径:1~20μmの微細アミド系ワックス粉末:0.002~0.1質量%を含有し、残部が軟磁性粉末の表面に絶縁性皮膜を形成してなる絶縁皮膜被覆軟磁性粉末からなる配合組成を有する原料混合粉末は成形性がよく、この原料混合粉末を温度:60~110℃に加熱し、この加熱された原料混合粉末を温度:100~150℃に加熱された金型に充填し、成形圧力:700~1200MPaで圧粉成形し、得られた成形体を温度:225~300℃で焼成して得られた複合軟磁性材は、前記従来の複合軟磁性材に比べて強度および比抵抗が格段に向上する、という研究結果が得られたのである。

- [0008] この発明は、かかる研究結果に基づいてなされたものであって、
 - (1) 平均粒径:1~100 μ mのポリイミド樹脂粉末:0.05~1質量%、平均粒径:1~20 μ mの微細アミド系ワックス粉末:0.002~0.1質量%を含有し、残部が軟磁性

粉末の表面に絶縁性皮膜を形成してなる絶縁皮膜被覆軟磁性粉末からなる配合組成を有する原料混合粉末を温度:60~110℃に加熱し、この加熱された原料混合粉末を温度:100~150℃に加熱された金型に充填し、成形圧力:700~1200MPaで圧粉成形し、得られた成形体を温度:225~300℃で焼成する高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材の製造方法、に特徴を有するものである。

- [0009] 前記軟磁性粉末の表面に絶縁性皮膜を形成してなる絶縁皮膜被覆軟磁性粉末は、 純鉄粉末の表面にリン酸皮膜を形成した純鉄粉末が一般に最も多く使用されている 。したがって、この発明は、
 - (2) 平均粒径:1~100 μ mのポリイミド樹脂粉末:0.05~1質量%、平均粒径:1~20 μ mの微細アミド系ワックス粉末:0.002~0.1質量%を含有し、残部が純鉄粉末の表面にリン酸皮膜を形成してなるリン酸皮膜被覆鉄粉末からなる配合組成を有する原料混合粉末を温度:60~110℃に加熱し、この加熱された原料混合粉末を温度:100~150℃に加熱された金型に充填し、成形圧力:700~1200MPaで圧粉成形し、得られた成形体を温度:225~300℃で焼成する高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材の製造方法、に特徴を有するものである。

発明の効果

- [0010] 従来の複合軟磁性材に比べて強度および比抵抗の高い複合軟磁性材を製造することができる。
- [0011] この発明の複合軟磁性材の製造方法で使用する原料混合粉末に含まれるポリイミド 樹脂粉末としては、全芳香族ポリイミド樹脂粉末、ビスマレイド系ポリイミド樹脂粉末、 付加型ポリイミド樹脂粉末などを使用することができ、その粉末の平均粒径は1~10 0μm(好ましくは、10~80μm、さらに一層好ましくは10~50μm)の範囲内にあ ることが好ましい。その理由は、平均粒径が1μm未満のポリイミド樹脂粉末を作るこ とは難しいからであり、一方、平均粒径が100μmを越えるポリイミド樹脂粉末を使用 すると十分な強度および比抵抗が得られないからである。そして、原料混合粉末に含 まれるポリイミド樹脂粉末の含有量は0.05~1質量%(一層好ましくは、0.1~0.5 質量%)の範囲内にあることが好ましい。その理由は、原料混合粉末に含まれるポリ イミド樹脂粉末の含有量が0.05質量%未満では十分な比抵抗を確保することがで

きないからであり、一方、1質量%を越えて含有すると、密度が低下し、磁束密度および透磁率の低下を招くので好ましくないからである。

原料混合粉末には、ポリイミド樹脂粉末のほかに滑剤として平均粒径:1~20 µ m(好ましくは、1~10 µ m)の微細なアミド系ワックス粉末を0.002~0.1質量%(好ましくは、0.004~0.05質量%)添加する必要がある。このアミド系ワックスとしてエチレンビスステアロイドアミド、エチレンビスラウルアミド、メチレンビスステアロイドなどの単体またはこれらの混合体を使用することができる。

アミド系ワックス粉末は、ポリイミド樹脂粉末とともに添加することにより、ポリイミド樹脂の充填性を改善して大きな三重点の生成を減少させ、成形時に樹脂が三重点に押し出されることによる粉末粒界での膜切れを防止し、もって成形体の密度を向上させる作用を有するが、原料混合粉末に含まれるアミド系ワックス粉末の含有量が0.002質量%未満では十分な流動性を確保することができず、一方、0.1質量%を越えて含有すると、複合軟磁性材の強度が低下するので好ましくない。したがって、原料混合粉末に含まれるアミド系ワックス粉末の量は0.002~0.1質量%に定めた。原料混合粉末に添加するアミド系ワックス粉末の単粒径は1~20μmの範囲内にあることが好ましい。その理由は、平均粒径が1μm未満のアミド系ワックス粉末を作ることは難しいからであり、一方、平均粒径が20μmを越えると流動性を確保するのに必要な添加量が多くなりすぎて十分な強度が得られなくなるからである。

かかる配合組成を有する原料混合粉末は、温度:60~110℃に加熱したのち、温度:100~150℃に加熱された金型に充填され、圧縮成形される。金型を100~150℃に加熱する理由は、コロイド状の潤滑剤を金型の壁面に塗布した場合、潤滑剤に含まれる水分が蒸発して固体状の潤滑剤が金型の壁面に付着させるためである。したがって、金型の加熱温度は100℃以上であることが必要であるが、150℃を越える必要は無い。この加熱された金型に充填する原料混合粉末が60℃未満であると、成形体密度が上がらないので好ましくなく、一方、原料混合粉末の温度が110℃を越えると流動性の低下が生じるので好ましくない。したがって金型に充填する原料混合粉末の温度は60~110℃に加熱したのである。

[0012] かかる金型に充填された原料混合粉末を700~1200MPaで圧縮成形するのは、

圧縮成形圧力が700MPa未満では十分な密度が得られないからであり、一方、120 0MPaを越えると比抵抗の低下が生じるので好ましくないからである。

圧縮成形して得られた成形体は、大気中、温度:225~300℃に30~60分間保持することにより焼成する。この温度で焼成することにより高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材が得られる。またこの温度で焼成することにより軟磁性粉末の歪みが除去され、軟磁性磁気特性が回復する。前記焼成温度を225~300℃に限定したのは、225℃未満では樹脂の硬化が不十分であるために十分な強度が得られないので好ましくなく、一方、300℃を越えると樹脂の分解による強度の低下および比抵抗の低下が生じるので好ましくない理由によるものである。

この発明のポリイミド樹脂粉末を使用した複合軟磁性材の製造方法によると、従来のポリフェニレンスルフィド樹脂粉末を使用した製造方法に比べて高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材が得られる。その理由として、ポリフェニレンスルフィド樹脂は変形性に劣る樹脂であるから、700~1200MPaで圧縮成形する時に絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の絶縁皮膜を損傷し、そのために比抵抗が低下するものと考えられる。一方、ポリアミド樹脂の割合が多いと、ポリアミド樹脂は柔らかすぎて絶縁皮膜被覆軟磁性粉末と絶縁皮膜被覆軟磁性粉末の間に形成される絶縁皮膜の膜切れが起こり、そのために比抵抗が低下するものと考えられる。

発明を実施するための最良の形態

[0013] 実施例

原料として、純鉄粉末にリン酸処理を施すことによりリン酸皮膜を形成してなる平均粒径:80 μ mを有する市販のリン酸皮膜被覆鉄粉末を用意し、さらに表1に示される平均粒径を有する付加型ポリイミド樹脂粉末およびエチレンビスステアロイドアミド粉末を用意した。このリン酸皮膜被覆鉄粉末に付加型ポリイミド樹脂粉末およびエチレンビスステアロイドアミド粉末を表1に示される割合で添加し、大気中で混合することにより表1に示される配合組成の原料混合粉末A~Rを作製した。

[0014] [表1]

			ă	己合組成(質量%)		
種	別	付加型ポリイ 樹脂粉末 平均粒径 (μm)		エチレンピスステ 粉末 平均粒径 (μm)	アロアミド]	リン酸皮 膜被覆鉄 粉末
	Α	40	0.2	5	0.01	残部
	В	40	0.05	5	0.01	残部
	С	40	0.1	5	0.01	残部
	D	40	0.4	5	0.01	残部
	E	40	0.6	5	0.01	残部
	F	40	0.8	5	0.01	残部
	G	20	0.2	10	0.004	残部
原	H	20	0.2	10	0.008	残部
料混	I	20	0.25	10	0.02	残部
合粉	J	20	0.25	10	0.04	残部
末	К	80	0.25	10	0.06	残部
	L	80	0.25	10	0.09	残部
	М	40	1.1*	5	0.01	残部
	N	80	0.04*	10	0.01	残部
	0	105*	0.1	5	0.01	残部
	P	40	0.2	10	0.12*	残部
	Q	40	0.2	10	0.0015*	残部
	R	40	0.2	22*	0.01	残部

*印は、この発明の範囲から外れた値であることを示す。

[0015] この原料混合粉末A~Rを表2~3に示される温度に加熱した。さらに、安息香酸ナトリウム:1%、リン酸水素2カリウム:1%を含む水溶液を表2~3に示される温度に加熱された金型の壁面にスプレーで塗布し乾燥させた後、前記加熱された原料混合粉末A~Rを表2~3に示される温度に加熱された金型に充填し、表2~3に示される圧力で圧縮成形することにより成形体を作製し、ついでこの成形体を大気中、表2~3に示される温度に表2~3に示される時間保持の加熱を行って本発明法1~12および比較法1~13を実施することにより縦:5mm、横:10mm、長さ:60mmの寸法を有する複合軟磁性試験片を作製した。

この複合軟磁性試験片を用い、室温における抗折強度、密度、比抵抗および磁束密度を測定し、その測定結果を表2~3に示した。

[0016] 従来例

実施例で用意したリン酸皮膜被覆鉄粉末に平均粒径:30 μ mのポリフェニレンスルフィド樹脂粉末:1質量%および平均粒径:30 μ mのステアリン酸粉末:0.2質量%

を添加混合して得られた原料混合粉末を温度:70℃に加熱された金型に充填し、圧縮成形することにより成形体を作製し、得られた成形体を窒素雰囲気中、温度:230℃で焙焼することによりステアリン酸を除去し、さらに窒素雰囲気中、温度:300℃に加熱し、複合軟磁性試験片を作製することにより従来法1を実施した。

[0017] さらに、実施例で用意したリン酸皮膜被覆鉄粉末に平均粒径:18 μ mのポリフェニレンスルフィド樹脂粉末:50質量%、ポリアミド樹脂粉末:50質量%を添加して混合樹脂粉末を作製し、この混合樹脂粉末:1.5質量%をリン酸皮膜形成鉄粉末に添加して混合して原料混合粉末を作製し、得られた原料混合粉末を圧縮成形することにより成形体を作製し、得られた成形体を窒素雰囲気中、温度:300℃で焼成して複合軟磁性試験片を作製することにより従来法2を実施した。従来法1~2で得られたこれら複合軟磁性試験片を用い、室温における抗折強度、密度、比抵抗および磁束密度を測定し、その測定結果を表2~3に示した。

[0018] [表2]

Γ''-	Ę	1		Π	1			T	Ī	<u> </u>	T .	Г	T	I	
	磁束密度 B100000人m (T)	1.58	1.83	l.59	1.53	1.50	1.48	1.56	1.57	1.61	1.69	1.55	1.52	1.35	1.57
軟磁性試験片の特性	X 10-4 (Dm)	3.6	=	2.1	5.3	8.1	12	3.4	8.8	1.8	2.2	3.8	4.0	25	0.58
教研任数	密度 (Mg/m³)	7.5	7.55	7.53	7.40	7.33	7.25	7.51	7.52	7.59	7.56	7.44	7.40	7.09	7.53
	汽炉強度 (MPa)	140	281	140	125	125	118	135	130	146	142	130	121	83	118
	焦成時間 (分)							ç	3		-				
	免疫温度 (C)							ទួ	Ē					-	
製造条件	E臨成形圧力 (MPa)	800	800	800	800	800	900	800	800	1200	1000	770	730	800	800
	金型の加熱 温度 (C)	120	120	120	120	120	100	130	150	120	120	120	120	120	120
	原料混合粉末 の加熱温度 (で)	08	90	80	100	110	100	100	100	100	100	100	100	100	100
表1の	表1の原本語の多数未		В	ပ	Ω	মে	ഥ	ဗ	Н	-	r)	×	L)	×	Z,
	忌	1	2	က	4	2	9	7	œ	6	2	=	13	-	2
İ					,	+	€ ##	野块	1	^	<u>.</u>				

[0019] [表3]

株別 解析電合約 金型の (C) 性的配移 (C) 性的 (C) 性的 (C) 性的 (C) 性的 (C) 性的 (C) 性的 (C) 有效 (C) 性的 (C) 有效 (C) 性的 (C) 有效 (C) 有效 (C)			※1の			製造条件	İ			軟磁性	軟磁性試験片の特性	İ
3 O 100 120 800 250 63 7.41 4.2 5 Q 100 120 800 250 63 7.41 4.2 6 R 100 120 800 250 92 7.47 0.88 7 A 115* 120 800 250 98 7.40 0.78 8 A 116* 120 800 250 98 7.40 1.0 10 A 100 160* 800 250 98 7.40 1.0 11 A 100 160* 800 250 87 7.63 0.61 11 A 100 120 800 250 80 7.50 0.65 13 A 10 120 800 220* 80 7.50 0.65 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 0.65 <th>2</th> <th>19</th> <th>原 心然未</th> <th></th> <th>金型の 加熱温度 (で)</th> <th>E縮成形圧 力 (MPa)</th> <th>無成温度(で)</th> <th>焼成時間 (矢)</th> <th>抗析強度 (MPa)</th> <th>(Mg/m³)</th> <th>元帝 × 10-4 (O m)</th> <th>磁東路度 B10000人m (T)</th>	2	19	原 心然未		金型の 加熱温度 (で)	E縮成形圧 力 (MPa)	無成温度(で)	焼成時間 (矢)	抗析強度 (MPa)	(Mg/m³)	元帝 × 10-4 (O m)	磁東路度 B10000人m (T)
4 P 100 120 800 250 6110 7.41 4.2 6 R 100 120 800 250 110 7.48 0.92 7 A 115* 120 800 250 85 7.40 0.88 8 A 115* 120 800 250 87 7.38 0.78 10 A 100 160* 800 250 87 7.38 0.10 11 A 100 120 1300* 250 87 7.63 0.61 12 A 100 120 1300* 250 80 7.50 0.65 13 A 10 120 800 220* 83 7.50 0.65 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 0.65 1 A 100 120 800 220* 83 7.50 <t< td=""><th></th><td>3</td><td>0</td><td>100</td><td>120</td><td>800</td><td>250</td><td></td><td>48</td><td>7.50</td><td>0.65</td><td>1.58</td></t<>		3	0	100	120	800	250		48	7.50	0.65	1.58
5 Q 100 120 800 250 92 7.48 0.92 7 A 115* 120 800 250 92 7.47 0.88 8 A 115* 120 800 250 98 7.40 1.0 9 A 100 160* 800 250 98 7.40 1.0 10 A 100 160* 800 250 87 7.89 2.1 11 A 100 120 130* 250 87 7.53 0.61 12 A 100 120 130* 7.83 7.50 0.61 13 A 100 120 650* 250 80 7.50 0.65 14 A 100 120 800 220* 7.50 0.65 7.50 1 A 100 120 800 220* 83 7.50 0.65		4	Ъ	100	120	800	250		æ	7.41	4.2	L.53
6 R 110 120 800 250 92 7.47 0.88 0.78 7 A 115* 120 800 250 86 7.38 0.78 0.78 9 A 100 160* 800 250 87 7.30 0.61 1.0 10 A 100 90* 800 250 87 7.38 2.1 2.1 11 A 100 120 1300* 250 87 7.63 0.61 2.1 12 A 100 120 650* 250* 80 7.50 0.65 1.2 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 0.65 1.2 1 A 100 120 800 220* 83 7.50 0.65 1.2 1 A 100 120 800 220* 83 7.50 0.65 2 <th></th> <td>5</td> <td>ď</td> <td>100</td> <td>021</td> <td>800</td> <td>OS.</td> <td></td> <td>011</td> <td>7.48</td> <td>28.0</td> <td>1.56</td>		5	ď	100	021	800	OS.		011	7.48	28.0	1.56
7 A 115* 120 800 250 85 7.38 0.78 7.89 0.78 7.89 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.78 0.72		9	В	100	021	800	053		88	7.47	0.88	 33:
8 A 55* 120 800 250 30 98 7.40 1.0		7	A	115*	021	800	OSZ		æ	7.38	0.78	1.52
9 A 100 160* 800 250 711 7.50 0.61 10 A 100 90* 800 250 87 7.38 2.1 11 A 100 120 1300* 250 80 7.63 0.72 12 A 100 120 650* 250 80 7.50 4.2 13 A 10 120 800 220* 83 7.50 4.2 1 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 2 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 2 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 2 A 100 120 80 26* 88 7.50 8.5	比は	œ	А	554	120	800	052	٤	88	7.40	0.1	1.51
10 A 100 90* 800 250 87 7.38 2.1 11 A 100 120 1300* 250 132 7.63 0.72 12 A 100 120 650* 250 80 7.56 4.2 13 A 10 120 800 220* 83 7.50 4.2 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 2 A 100 120 800 220* 83 7.50 8.5	女拍	6	Ą	100	160*	800	250	₹	Ξ	7.50	0.61	1.57
11 A 100 120 1300* 250 132 7.63 0.72 12 A 100 120 650* 250* 80 7.56 4.2 13 A 10 120 800 220* 75 7.50 0.65 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 2 A 100 120 800 220* 83 7.50 3.8 2 A 100 120 80 8.5 8.5		10	А	100	* 06	800	250		%	7.38	2.1	1.51
12 A 100 120 650* 250 80 7.36 4.2 13 A 10 120 800 320* 75 7.50 0.65 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 1 A 100 120 800 220* 83 7.50 3.8 2 A 100 120 8.5 8.5		=	А	100	021	1300*	320		132	7.63	0.72	1.63
13 A 10 120 800 320* 75 7.50 0.65 14 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 1 120 7.03 3.8 2 8.5 8.5		12	Ą	100	120	650 *	052		8	7.36	4.2	1.51
14 A 100 120 800 220* 83 7.50 4.2 1 - - 120 7.03 3.8 2 - 115 6.92 8.5		13	A	10	120	800	320*		75	7.50	0.65	1.58
1 - 120 7.03 3.8 2 - 115 6.92 8.5		14	A	100	130	800	*022		æ	7.50	4.2	1.57
2 - 115 6.92 8.5	盆事	1				į			120	7.03	3.8 8	1.31
	・布	83				ı			115	6.92		1.25

表2~3に示される結果から、本発明法1~12で作製した軟磁性試験片は、従来法1~2で作製した軟磁性試験片に比べて優れた軟磁性磁気特性を有することが分かる。また、この発明の条件から外れた比較法1~14で作製した軟磁性試験片は一部好ましくない特性が現れることがわかる。

請求の範囲

- [1] 平均粒径:1~100 μ mのポリイミド樹脂粉末:0.05~1質量%、平均粒径:1~20 μ mの微細アミド系ワックス粉末:0.002~0.1質量%を含有し、残部が軟磁性粉末 の表面に絶縁性皮膜を形成してなる絶縁皮膜被覆軟磁性粉末からなる配合組成を 有する原料混合粉末を温度:60~110℃に加熱し、この加熱された原料混合粉末を 温度:100~150℃に加熱された金型に充填し、成形圧力:700~1200MPaで圧 縮成形し、得られた成形体を温度:225~300℃で焼成することを特徴とする高強度 および高比抵抗を有する複合軟磁性材の製造方法。
- [2] 前記絶縁皮膜被覆軟磁性粉末は、純鉄粉末の表面にリン酸皮膜を形成したリン酸皮膜被覆鉄粉末であることを特徴とする複合軟磁性材。
- [3] 請求項1または2記載の方法で製造したことを特徴とする高強度および高比抵抗を有する複合軟磁性材。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2004/015983

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl⁷ H01F1/26, 1/33, 41/02, B22F3/00 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC **B. FIELDS SEARCHED** Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01F1/26, 1/33, 41/02, B22F3/00 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Category* Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Relevant to claim No. X JP 11-354359 A (Hitachi, Ltd.), 2,3 Α 24 December, 1999 (24.12.99), Par Nos. [0034] to [0036] (Family: none) JP 2001-155914 A (Hitachi Powdered Metals Co., Х 2,3 Α Ltd.), 08 June, 2001 (08.06.01), Par Nos. [0011], [0013], [0014], [0024] (Family: none) Α JP 4-12605 B (Hitachi Powdered Metals Co., 1-3 Ltd.), 05 March, 1992 (05.03.92), Full text (Family: none) Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex. Special categories of cited documents: later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international document of particular relevance; the claimed invention cannot be filing date considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "&" document member of the same patent family Date of mailing of the international search report Date of the actual completion of the international search 18 January, 2005 (18.01.05) 08 February, 2005 (08.02.05) Name and mailing address of the ISA/ Authorized officer Japanese Patent Office Telephone No. Facsimile No

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/015983

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Delevent to alst 31
A A	JP 2003-224017 A (Kobe Steel, Ltd.),	Relevant to claim No
A.	08 August, 2003 (08.08.03), Par Nos. [0018] to [0022] (Family: none)	1-3
E, A	JP 2004-342937 A (Hitachi Powdered Metals Co., Ltd.), 02 December, 2004 (02.12.04), Par Nos. [0008], [0009] (Family: none)	1-3
	-	

A. 発明の風する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ' H01F 1/26, 1/33, 41/02, B22F 3/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl. 7 H01F 1/26, 1/33, 41/02, B22F 3/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2004年

日本国登録実用新案公報日本国実用新案登録公報

1994-2004年1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連する	5と認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	JP 11-354359 A (株式会社日立製作所) 1999. 12. 24, 【0034】~【0036】 (ファミリーなし)	2, 3
X A	JP 2001-155914 A (日立粉末冶金株式会社) 2001.06.08,【0011】、【0013】、【001 4】、【0024】(ファミリーなし)	2, 3 1
Α	JP 4-12605 B (日立粉末冶金株式会社) 1992.03.05,全文 (ファミリーなし)	1-3

× C欄の続きにも文献が列挙されている。

□ パテントファミリーに関する別紙を参照。

- * 引用文献のカテゴリー
- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す)
- 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 18.01.2005 国際調査報告の発送日 00.2.2005 国際調査機関の名称及びあて先 特許庁審査官(権限のある職員) 5R 8835 中本国特許庁(ISA/JP) 山田 正文 郵便番号100-8915 東京都千代田区飯が関三丁目4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3565

C(続き).	関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2003-224017 A (株式会社神戸製鋼所) 2003.08.08,【0018】~【0022】(ファミリーなし)	1-3
EA	JP 2004-342937 A (日立粉末冶金株式会社) 2004.12.02,【0008】、【0009】 (ファミリーなし)	1-3
·		
	·	
•		